



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 1104—2015

动态光散射粒度分析仪

Dynamic Light Scattering Particle Size Analyzers

2015-01-30 发布

2015-04-30 实施

国家质量监督检验检疫总局 发布

订单号: 0100201129072038 防伪编号: 2020-1129-1106-3431-1569 购买单位: 清华大学深圳国际研究生院材料与器件检测技术中心

清华大学深圳国际研究生院材料与器件检测技术中心 专用

动态光散射粒度分析仪检定规程

Verification Regulation of Dynamic
Light Scattering Particle Size Analyzers

JJG 1104—2015

归口单位：全国物理化学计量技术委员会

主要起草单位：中国计量科学研究院

参加起草单位：北京市理化分析测试中心

本规程委托全国物理化学计量技术委员会负责解释

本规程主要起草人：

刘俊杰（中国计量科学研究院）

参加起草人：

张文阁（中国计量科学研究院）

周素红（北京市理化分析测试中心）

清华大学深圳国际研究生院材料与器件检测技术中心 专用

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 概述	(1)
4 计量性能要求	(2)
5 通用技术要求	(2)
5.1 外观检查	(2)
5.2 通电检查	(2)
6 计量器具控制	(2)
6.1 检定环境条件	(2)
6.2 检定用标准物质及设备	(2)
6.3 检定项目	(2)
6.4 检定方法	(3)
7 检定结果的处理	(4)
8 检定周期	(4)
附录 A 纯水的黏度表	(5)
附录 B 纯水的折射率	(6)
附录 C 样品的制备及浓度选择	(7)
附录 D 检定记录格式	(8)
附录 E 检定证书/检定结果通知书内页格式	(9)

引 言

本规程以 JJF 1002—2010《国家计量检定规程编写规则》、JJF 1001—2011《通用计量术语及定义》为基础性规范进行制定。

在本规程制定中，参照了 GB/T 29022—2012 粒度分析 动态光散射法(DLS)(等同采用 ISO 22412:2008)和 GB/T 19627—2005 粒度分析 光子相关光谱法(等同采用 ISO 13321:1999)中的部分内容。

本规程为首次发布。

动态光散射粒度分析仪检定规程

1 范围

本规程适用于动态光散射法测量液体中不溶性颗粒平均粒径的粒度分析仪的首次检定、后续检定和使用中检查。

2 引用文件

GB/T 19627—2005 粒度分析 光子相关光谱法

GB/T 29022—2012 粒度分析 动态光散射法(DLS)

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规程；凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本规程。

3 概述

动态光散射法粒度分析仪(以下简称仪器)的测量原理为：当一束单色激光照射到被测样品，会在某一角度产生一定强度的散射光。由于悬浮颗粒受到液体分子无规则运动的撞击而做不规则的布朗运动，因此观察到的散射光强度也将不断地随时间起伏涨落。基于布朗运动的斯托克斯-爱因斯坦方程，当悬浮液温度和黏度已知时，通过分析这些散射光强度随时间涨落的函数即可计算得到颗粒的平均粒径(光强加权调和平均粒径)。该仪器一般由激光发生器、光学透镜、样品池及控温槽、光子检测器、信号处理单元、计算及显示单元等组成，其结构如图 1 所示。

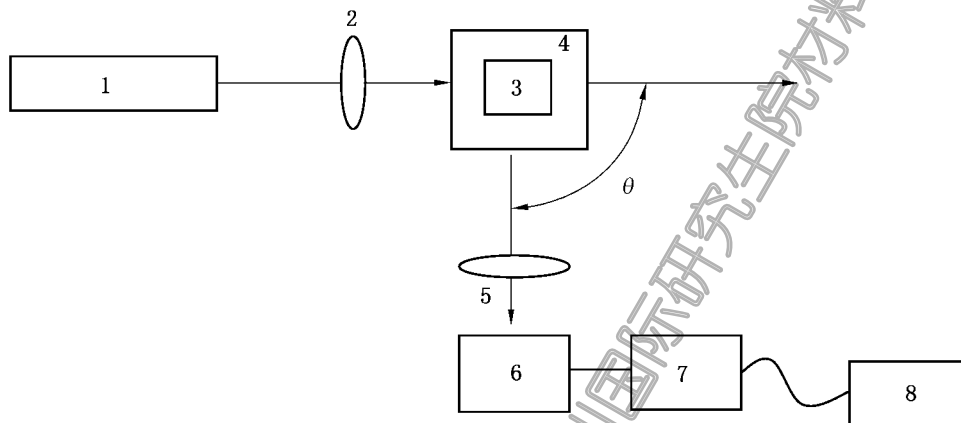


图 1 动态光散射粒度分析仪的典型装置示意图

1—激光发生器；2，5—光学透镜；3—样品池；4—控温槽；6—光子检测器；
7—信号处理单元；8—计算及显示单元； θ —散射角

4 计量性能要求

仪器的计量性能要求见表 1。

表 1 仪器的计量性能要求

计量性能	性能指标
粒径示值最大允许误差	$\pm 12\%$
粒径测量重复性	$\leq 3\%$
温度示值最大允许误差	$\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$

5 通用技术要求

5.1 外观检查

铭牌标明仪器名称、型号、编号、制造年月及制造厂名称。

5.2 通电检查

仪器通电后，各部件工作正常，各旋钮、按键功能正常，显示单元清晰完整。

6 计量器具控制

6.1 检定环境条件

6.1.1 环境温度： $(18\sim 30)^{\circ}\text{C}$ ；

6.1.2 相对湿度： $20\%\sim 80\%$ ；

6.1.3 其他：远离振动、电磁干扰，避免阳光直射。

6.2 检定用标准物质及设备

6.2.1 标准物质

颗粒悬浮液粒度有证标准物质，具体技术要求见表 2。

表 2 检定用标准物质及其技术要求

编号	体积平均粒径范围	粒径分布相对标准偏差	体积平均粒径 相对扩展不确定度
1#	$\leq 100\text{ nm}$	$\leq 6\%$	$\leq 3.0\%, k=2$
2#	$(200\sim 300)\text{nm}$	$\leq 3\%$	
3#	$(400\sim 500)\text{nm}$		
4#	$\geq 600\text{ nm}$		

6.2.2 温度计

测量范围 $(0\sim 90)^{\circ}\text{C}$ 的数字温度计，且所配温度传感器直径和长度应分别小于 8 mm 和 20 mm。扩展不确定度应优于 0.15 K($k=2$)。

6.3 检定项目

仪器的检定项目见表 3。

表 3 仪器检定项目一览表

序号	检定项目	首次检定	后续检定	使用中检查
1	外观及通电检查	+	+	+
2	粒径示值误差	+	+	+
3	粒径测量重复性	+	+	+
4	温度示值误差	+	+	-

注：“+”为需检定的项目，“-”为不需检定的项目。

6.4 检定方法

6.4.1 检定前的准备

打开仪器电源开关，将仪器预热 30 min 以上。根据仪器测量室温度及激光波长，设定测量参数，如介质黏度、折射率(可从附录 A、附录 B 查得)等。

6.4.2 外观及通电检查

按照 5 的要求，目视或手动检查。

6.4.3 粒径示值误差

按照附录 C 的方法完成样品准备及浓度选择后，将装有样品的样品池插入仪器测量室内，温度平衡 3 min 以上。

分别对 1#、2#、3# 和 4# 标准物质重复测量 6 次，记录平均粒径的测量值 x_i 并分别取其平均值 \bar{x} 。按公式(1)分别计算粒径示值误差 δ ，取绝对值最大的 δ 为仪器粒径示值误差的检定结果。

$$\delta = \frac{\bar{x} - x_s}{x_s} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

\bar{x} ——标准物质平均粒径的 6 次测量平均值，nm；

x_s ——标准物质体积平均粒径的标准值，nm；

δ ——粒径示值误差。

6.4.4 粒径测量重复性

按照 6.4.3 中的方法，对 1# 标准物质重复测量 8 次，记录平均粒径的测量值 x_i 并取其平均值 \bar{x} ，按公式(2)计算仪器粒径测量重复性 RSD。

$$RSD = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}}{\bar{x}} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

x_i ——标准物质平均粒径的第 i 次测量值，nm；

n ——测量次数， $n=8$ ；

\bar{x} ——标准物质平均粒径的 8 次测量平均值，nm；

RSD——粒径测量重复性。

6.4.5 温度示值误差

在仪器常用的温度设定范围内,选取高、中、低3个温度测量点;对于固定温度的仪器,选取该温度点作为测量点。

将装有纯水的样品池插入到仪器测量室内,并将数字温度计的传感器插入到样品池内。温度平衡3 min以上后,记录温度计读数3次。之后设定另一个测量点,重复上述测量过程(温度测量从低点开始)。分别求出相应点温度示值的平均值 \bar{t} ,按照公式(3)计算温度示值误差 Δt ,取绝对值最大的 Δt 为温度示值误差的检定结果。

$$\Delta t = t_s - \bar{t} \quad (3)$$

式中:

\bar{t} ——温度计的3次测量平均值,℃;

t_s ——仪器测量室的温度设定值,℃;

Δt ——温度示值误差,℃。

7 检定结果的处理

按本规程要求检定合格的仪器,发给检定证书;检定不合格的仪器,发给检定结果通知书,并注明不合格项目,内页格式见附录E。

8 检定周期

仪器的检定周期一般不超过一年。

附录 A

纯水的黏度表

根据 ISO/TR 3666: 1998 《水的黏度》，不同温度下纯水的黏度见表 A.1。

表 A.1 不同温度下纯水的黏度

温度/°C	动力学黏度/ $\text{g}(\text{m} \cdot \text{s})^{-1}$
15	1.137 8
20	1.001 6
23	0.932 1
25	0.889 9
30	0.797 1
40	0.652 4

附录 B

纯水的折射率

水和水蒸汽特性国际协会(The International Association for the Properties of Water and Steam, IAPWS)于 1997 年推出了纯水折射率 n 在不同测量温度、激光波长照射下的计算公式及公式中的参数量值:

$$\frac{n^2 - 1}{(n^2 + 2)\bar{\rho}} = a_0 + a_1\bar{\rho} + a_2\bar{T} + a_3\bar{\lambda}^2\bar{T} + \frac{a_4}{\bar{\lambda}^2} + \frac{a_5}{\bar{\lambda}^2 - \bar{\lambda}_{UV}^2} + \frac{a_6}{\bar{\lambda}^2 - \bar{\lambda}_{IR}^2} + a_7\bar{\rho}^2 \quad (\text{B. 1})$$

式中: n 为纯水折射率; $\bar{T} = \frac{T}{T^*}$ (T 为纯水的热力学温度, 单位: K, $T^* = 273.15$ K);

$\bar{\rho} = \frac{\rho}{\rho^*}$ (ρ 为温度为 T 时的纯水密度, 单位: $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$, $\rho^* = 1\,000 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$); $\bar{\lambda} = \frac{\lambda}{\lambda^*}$ (λ 为激光波长, 单位: μm , $\lambda^* = 0.598 \mu\text{m}$); $a_0 = 0.244\,257\,33$; $a_1 = 9.746\,344\,76 \times 10^{-3}$; $a_2 = -3.732\,349\,96 \times 10^{-3}$; $a_3 = 2.686\,784\,72 \times 10^{-4}$; $a_4 = 1.589\,205\,70 \times 10^{-3}$; $a_5 = 2.459\,342\,59 \times 10^{-3}$; $a_6 = 0.900\,704\,920$; $a_7 = -1.666\,262\,19 \times 10^{-2}$; $\bar{\lambda}_{UV} = 0.229\,202\,0$; $\bar{\lambda}_{IR} = 5.432\,937$ 。

表 B.1 为按照公式(B.1)计算得到的纯水折射率数值。

表 B.1 不同激光波长及温度下的纯水折射率

波长/nm	温度/°C					
	15	20	23	25	30	40
852	1.328 1	1.327 7	1.327 5	1.327 3	1.326 7	1.325 4
830	1.328 5	1.328 1	1.327 8	1.327 6	1.327 1	1.325 8
780	1.329 4	1.329 0	1.328 7	1.328 5	1.327 9	1.326 6
658	1.331 9	1.331 5	1.331 2	1.331 0	1.330 4	1.329 1
650	1.332 1	1.331 7	1.331 4	1.331 2	1.330 6	1.329 3
638	1.332 4	1.332 0	1.331 7	1.331 5	1.330 9	1.329 6
635	1.332 5	1.332 0	1.331 8	1.331 6	1.331 0	1.329 7
633	1.332 5	1.332 1	1.331 8	1.331 6	1.331 0	1.329 7
532	1.335 8	1.335 4	1.335 1	1.334 9	1.334 3	1.333 0
480	1.338 2	1.337 8	1.337 5	1.337 3	1.336 7	1.335 4

附录 C

样品的制备及浓度选择

C.1 浓度为 0.01 mol/L 的 NaCl 溶液

用去离子水或蒸馏水制备浓度为 0.01 mol/L 的 NaCl 溶液，并经孔径为 0.2 μm 以下滤膜过滤。

C.2 样品制备

用移液器将一定体积的标准物质样品和浓度为 0.01 mol/L 的 NaCl 溶液混合后，作间歇的超声波处理，注意超声波对悬浮液温度的影响。

C.3 样品浓度的选择

在动态光散射法粒径测量中，样品浓度需在一定的适宜范围内。若样品浓度过低，测量结果易受杂质等因素影响，测量重复性差；若样品浓度过高，颗粒间相互作用及多重散射则会严重影响测量结果。

因此为避免样品浓度对测量结果的影响，需将样品浓度调整到合适的范围内。通常，应在至少相差两倍范围内制备 3 种不同浓度的样品，分别测量 3 次，观察测量平均值与样品浓度的关系。随着浓度的递变，若测量结果无明显的上升或下降趋势，则此范围为适宜的浓度范围。

附录 D

检定记录格式

检定日期	检定环境温度	湿度			
仪器名称	型号				
仪器出厂编号	厂家				
送检单位					
1. 外观及通电检查:					
2. 粒径示值误差					
—	1# 标准物质	2# 标准物质	3# 标准物质	4# 标准物质	
标准物质标准值					
标准物质编号					
测量值 x_s/nm					
平均值 \bar{x}/nm					
粒径示值误差 δ					
3. 粒径测量重复性					
标准物质编号	测量值 \bar{x}_i/nm			\bar{x}/nm	RSD
4. 温度示值误差/ $^{\circ}\text{C}$					
设定温度点 t_s	测量值		平均值 \bar{t}	温度示值误差 Δt	
检定员			核验员		

检定结论:

附录 E

检定证书/检定结果通知书内页格式

E.1 检定证书/检定结果通知书第 2 页式样

证书编号××××-××××				
检定机构授权说明				
检定环境条件及地点：				
温 度	℃	地 点		
相对湿度	%	其 他		
检定使用的计量（基）标准装置				
名称	测量范围	不确定度/准确度 等级/最大 允许误差	计量（基）标准 证书编号	有效期至
检定使用的标准器				
名称	测量范围	不确定度/准确度 等级/最大 允许误差	检定/校准 证书编号	有效期至
第×页 共×页				

E.2 检定证书第3页式样

证书编号××××-××××

检定结果

序号	检定项目	技术要求	结论
1	外观及通电检查		
2	粒径示值误差		
3	粒径测量重复性		
4	温度示值误差		

以下空白

第×页 共×页

E.3 检定结果通知书第3页式样

证书编号××××-××××

检定结果

序号	检定项目	技术要求	检定结果	单项结论
1	外观及通电检查			
2	粒径示值误差			
3	粒径测量重复性			
4	温度示值误差			

附加说明：
该仪器××××项检定不合格


以下空白

第×页 共×页

订单号: 0100201129072038 防伪编号: 2020-1129-1106-3431-1569 购买单位: 清华大学深圳国际研究生院材料与器件检测技术中心

清华大学深圳国际研究生院材料与器件检测技术中心 专用

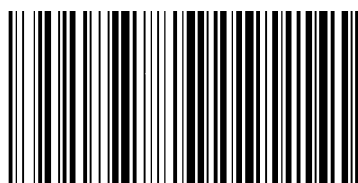
清华大学深圳国际研究生院材料与器件检测技术中心 专用

 **版权声明**

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号: JJG 1104-2015
购买者: 清华大学深圳国际研究生院材料与器件检测技术中心
订单号: 0100201129072038
防伪号: 2020-1129-1106-3431-1569
时 间: 2020-11-29
定 价: 28元



JJG 1104-2015

中 华 人 民 共 和 国
国 家 计 量 检 定 规 程
动 态 光 散 射 粒 度 分 析 仪

JJG 1104—2015

国家质量监督检验检疫总局发布

*

中国质检出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.gb168.cn

服务热线: 400-168-0010

010-68522006

2015年4月第一版

*

书号: 155026·J-3005

版权专有 侵权必究